

Intensifikasi Proses Penyulingan Minyak Atsiri dari Daun Jeruk Purut dengan Metode *Ultrasound following Microwave Assisted Extraction* (US-MAE)

Bangkit Gotama*¹, Denistira Fazlur Rahman¹, Aris Fadiatmoko Anjarwadi¹

¹Chemical Engineering, Kalimantan Institute of Technology (ITK), Balikpapan
e-mail: *bangkit.gotama@itk.ac.id

Abstrak

Proses penyulingan minyak atsiri dari daun jeruk purut dilakukan melalui dua proses, yakni ekstraksi dengan menggunakan bantuan gelombang mikro (microwave) disertai tahap radiasi gelombang ultrasonik (sonikasi) bahan baku dan ekstraksi tanpa tahap sonikasi. Penelitian ini dilakukan untuk mengkaji pengaruh sonikasi terhadap proses penyulingan, dengan parameter yang diamati antara lain adalah waktu dan suhu sonikasi. Selain itu, pengaruh tahap ekstraksi dengan gelombang mikro juga turut diamati, yakni parameter waktu ekstraksi dan daya gelombang mikro serta rasio bahan baku terhadap pelarut yang digunakan. Pada proses penyulingan minyak daun jeruk purut tanpa tahap sonikasi, yield minyak yang tertinggi yakni 1,0451% diperoleh pada daya 199,5 watt, waktu ekstraksi selama 60 menit dan rasio bahan baku terhadap pelarut sebesar 50 gr/350 ml pelarut. Sedangkan, hasil yang lebih tinggi diperoleh pada proses ekstraksi disertai tahap sonikasi yakni sebesar 1,6840% dengan waktu radiasi selama 5 menit, suhu sonikasi 25°C, daya gelombang mikro 200 watt, waktu ekstraksi selama 60 menit dengan rasio bahan baku terhadap pelarut sebesar 50 gr/350 ml pelarut. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa intensifikasi proses dengan metode US-MAE mampu menghasilkan yield minyak daun jeruk purut yang lebih besar daripada metode konvensional (0,33%) dengan waktu ekstraksi yang sangat singkat.

Kata kunci— minyak daun jeruk purut, gelombang mikro, sonikasi, US-MAE

Abstract

The process of distillation of essential oil from kaffir lime leaves is done through two processes, microwave assisted extraction with ultrasonic radiation (sonication) of raw materials and extraction without sonication. This study was conducted to analyze the effect of sonication on the distillation process, with parameters time and temperature of sonication. In addition, the effect of microwaves extraction was also observed, ie extraction time, microwave power and the ratio of raw materials/solvents. In the process of extraction of kaffir lime leaf oil without sonication, the highest oil yield of 1,0451% was obtained at 199,5 watts, extraction time for 60 minutes and ratio raw materials to solvent 50 gr / 350 ml. On the other hand, higher yield was obtained at extraction process with sonication that is equal to 1,6840% with radiation time for 5 minutes, sonication temperature 25°C, 200 watt microwave power, extract time for 60 minutes and ratio raw materials to solvent 50 gr / 350 ml. The results of this study indicate that the process intensification by US-MAE method is able to obtain higher yield of kaffir lime leaf oil than conventional method (0.33%) with very short extraction time.

Keywords— kaffir lime leaf oil, microwave, sonication, US-MAE

1. PENDAHULUAN

Jeruk purut merupakan tanaman dari suku *Rutaceae* yang berasal dari Asia Tenggara yang banyak ditanam di beberapa negara termasuk Indonesia. Tanaman ini dikenal di Indonesia sebagai bahan bumbu masakan terutama daun maupun buahnya. Namun selain itu, daun jeruk purut mampu menghasilkan minyak atsiri yang memiliki aroma khas jeruk (*lime*). Minyak jeruk purut banyak dimanfaatkan dalam sebagai aroma maupun perasa (*flavor and fragrances*) dalam industri makanan dan minuman, aromaterapi, kesehatan, kosmetik serta produk *toiletries*.

Minyak atsiri daun jeruk purut atau *kaffir lime leaf oil* dihasilkan dari penyulingan (distilasi) daun jeruk purut dengan rendemen sekitar 1% (daun basah). Pada metode lain dengan menggunakan pelarut kimia seperti n-heksan dan etanol, rendemen dapat mencapai lebih dari 10% [9]. Komponen utama dari minyak jeruk purut adalah sitronelal sebesar 81,49%, sitronelol sebesar 8,22%, linalol sebesar 3,69%, geraniol 0,31%, dan komponen lain sebesar 6,29% [6].

Metode ekstraksi atau penyulingan minyak atsiri yang umum dilakukan adalah metode penyulingan air, uap maupun kukus serta ekstraksi dengan bahan kimia seperti ekstraksi *soxhlet*, enflourasi dan maserasi. Metode tersebut dapat diklasifikasikan sebagai metode konvensional. Beberapa penelitian ekstraksi minyak atsiri dengan metode konvensional antara lain penyulingan Lavandin (French Lavender) menggunakan metode *steam-hydro distillation* [4], ekstraksi minyak jeruk purut menggunakan metode ekstraksi *soxhlet* [9] dan ekstraksi minyak atsiri dari bahan Citrus aurantium L menggunakan metode maserasi [3]. Sedangkan metode non konvensional yang telah dikembangkan saat ini merupakan intensifikasi proses dari metode sebelumnya. Metode non konvensional tersebut memiliki keunggulan jika dibandingkan dengan metode konvensional, yakni rendemen dan kualitas produk minyak atsiri yang dihasilkan. Selain itu metode tersebut lebih efisien dalam waktu penyulingan dan dengan konsumsi energi yang lebih rendah serta ramah lingkungan. Beberapa contoh metode non konvensional yang telah dikembangkan saat ini adalah metode ekstraksi dengan bantuan gelombang mikro atau *Microwave Assisted Extraction* [8], ekstraksi pada teknologi pangan dengan menggunakan metode ekstraksi dengan bantuan gelombang ultrasonik atau *Ultrasonic Assisted Extraction* [2].

Metode kombinasi antara metode konvensional dengan metode non konvensional merupakan salah satu metode dalam melakukan proses ekstraksi seperti pengambilan minyak atsiri dari *Frustus forsythia* dengan menggunakan metode penyulingan air (*hydro distillation*) dengan bantuan gelombang mikro (MAE+HD) [5], ekstraksi minyak atsiri dari *Elettaria cardamomum maton* menggunakan metode *hydro distillation* dengan bantuan *Ultrasonic assisted extraction* [11]. Selain metode kombinasi sebelumnya, kombinasi antar metode ekstraksi atau penyulingan non konvensional juga membuktikan keberhasilan yang cukup signifikan. Ekstraksi *Lycopene* dari buah tomat dengan menggunakan metode *Ultrasonic/Microwave Assisted Extraction* atau UMAE [7] dan ekstraksi *Pectin* dari kulit buah anggur dengan menggunakan metode *Ultrasonic-Microwave Assisted Extraction* atau US-MAE [1]. Kelebihan metode – metode tersebut adalah lebih efisien, mempunyai yield yang tinggi, waktu ekstraksi yang singkat, mudah dikontrol serta energi yang dibutuhkan lebih rendah.

Pemanfaatan gelombang ultrasonik dan mikro pada telah berhasil dilakukan oleh Bagherian dkk [1] pada ekstraksi pektin. Namun, metode tersebut belum pernah diaplikasikan pada ekstraksi minyak atsiri sehingga menjadi acuan dalam pengkajian ekstraksi minyak atsiri dari daun jeruk purut dengan metode US-MAE.

2. METODE PENELITIAN

2.1. Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun jeruk purut yang diperoleh dari pasar tradisional, Na_2SO_4 dan *aquadest*.

2.2. Alat

Alat yang digunakan pada tahap sonikasi (US) adalah *modified sonicator* dengan daya sonikasi sebesar 100 watt dan frekuensi 28 kHz. Pada tahap ekstraksi dengan gelombang mikro, alat yang digunakan adalah *portable microwave* Sharp R-222Y dengan daya maksimum sebesar 700 watt dan frekuensi 2,4 GHz.

2.3. Proses Sonikasi

Daun jeruk purut segar terlebih dahulu dicacah untuk membantu perusakan kelenjar minyak mudah dalam proses sonikasi. Lalu, daun jeruk purut dimasukan kedalam *beaker glass* dan ditambahkan *aquadest* dengan perbandingan daun terhadap *aquadest* 50 : 350 (gr/ml). Lalu, *beaker glass* diletakkan ke dalam *waterbath*. Kemudian *transducer horn* sonikasi dan *thermocople* dioperasikan ke dalam sistem *waterbath – beaker glass*. Proses sonikasi dilakukan masing - masing selama 1,2,3,4,5 menit dengan suhu operasi 25°C, 30°C, dan 35°C. Setelah itu, campuran *aquadest* dan daun dipindahkan kedalam labu ekstraktor 500 ml.

2.4. Proses Ekstraksi dan Separasi

Campuran daun dan *aquadest* hasil sonikasi dimasukan kedalam labu ekstraktor 500 ml. Langkah berikutnya, labu ekstraktor dimasukan kedalam *portable microwave*. Proses ekstraksi dilakukan dengan daya 199,5 watt; 279,5 watt; 399,0 watt selama 30 menit, 60 menit, 90 menit. Selanjutnya, hasil dari proses ekstraksi *microwave* (distilat) dipisahkan dengan corong pemisah menjadi dua produk yaitu minyak atsiri dan *hydrosol*.

2.5. Analisa

Analisa produk minyak atsiri yang dilakukan adalah indeks bias dan densitas untuk menguji kualitas minyak atsiri dengan menggunakan *hand refraktometer* dan *picnometer*. Selain itu juga dilakukan perhitungan rendemen minyak yang dihasilkan.

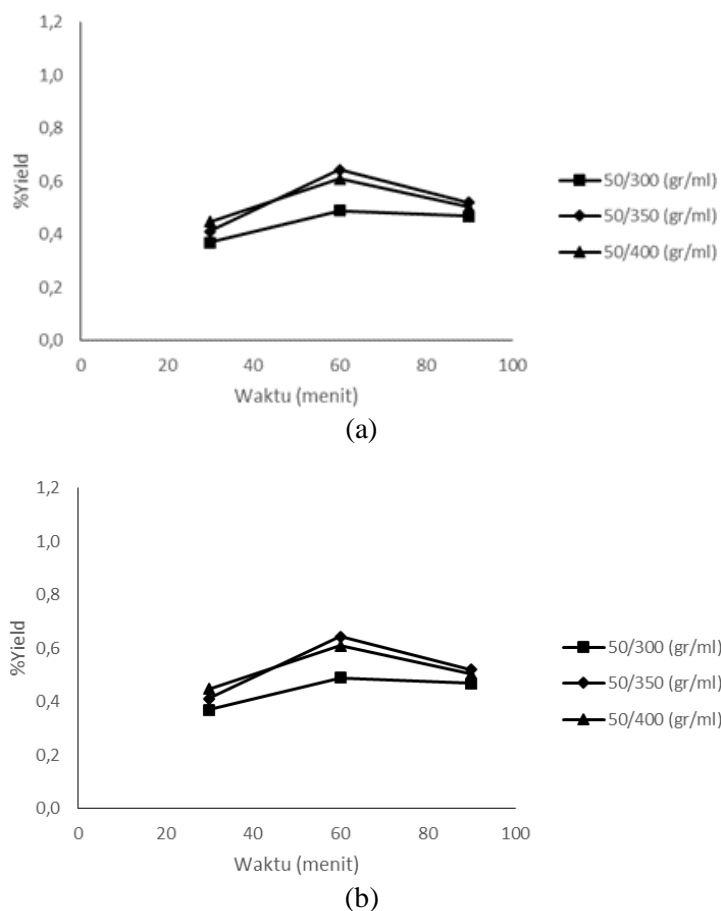
3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1. Pengaruh Waktu Ekstraksi MAE terhadap Yield

Waktu ekstraksi pada ekstraksi gelombang mikro (MAE) memberikan dampak yang cukup signifikan terhadap rendemen (yield) yang diperoleh. Pada daya gelombang mikro yang maksimal, pengaruh waktu ekstraksi berdampak pada penurunan yield minyak seperti yang ditunjukkan oleh gambar 3.1a. Hal tersebut dapat disebabkan daya yang maksimal mampu menghasilkan panas yang tinggi sehingga mampu mengkonversi minyak menjadi produk dekomposisi dan yield diperoleh menjadi berkurang. Gelombang mikro yang dihasilkan akan mempengaruhi kecepatan pergerakan (getaran) antar molekul matriks bahan, yang akan menghasilkan efek panas sehingga berpengaruh pada proses terekstraknya minyak dari bahan, akibatnya laju penguapan *solvent* meningkat yang dapat menyebabkan matriks lebih mudah terbakar (*burnt*).

Sedangkan pada daya gelombang mikro dibawah 399 watt, waktu ekstraksi yang optimal adalah 60 menit. Waktu ekstraksi yang lebih besar dari 60 menit mengakibatkan yield minyak akan mengalami penurunan seperti yang ditampilkan pada gambar 3.1b. Waktu ekstraksi yang semakin lama akan mengakibatkan akumulasi energi (panas) pada bahan sehingga dapat meningkatkan reaksi dekomposisi komponen penyusun minyak jeruk purut. Semakin besar daya dan rentang waktu ekstraksi yang lama maka akan berpengaruh pada bahan

yang digunakan karena semakin lama waktu ekstraksi, akan terjadi akumulasi panas yang ditimbulkan dari gelombang mikro [12].

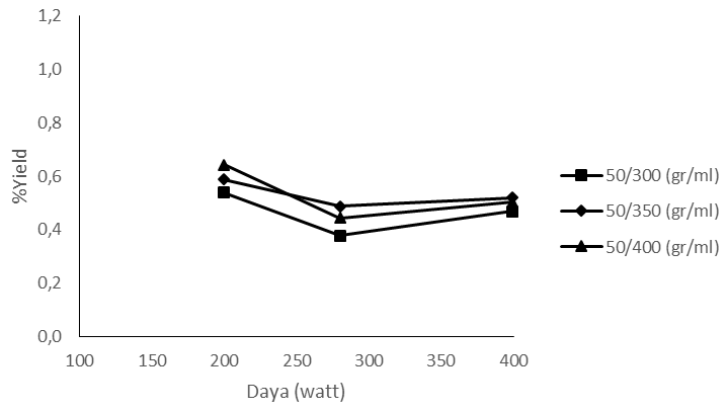


Gambar 3.1 Pengaruh waktu ekstraksi terhadap yield pada daya gelombang mikro :
(a) 399,0 watt (b) 199,5 watt

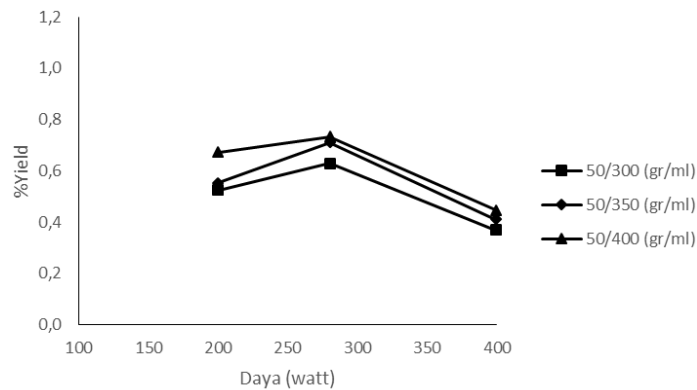
3.2. Pengaruh Daya Microwave MAE terhadap Yield

Gambar 3.2 a dan b menunjukkan pengaruh daya gelombang mikro yield pada ekstraksi gelombang mikro (MAE). Pada waktu ekstraksi yang lama, yield cenderung akan mengalami penurunan seiring dengan peningkatan daya yang digunakan. Hal tersebut dapat disebabkan oleh pengaruh akumulasi panas dalam ekstraktor sehingga dapat meningkatkan laju evaporasi pelarut air. Dengan jumlah pelarut yang minimal, rasio bahan terhadap pelarut semakin meningkat sehingga laju perpindahan komponen minyak menjadi lambat dan tidak optimal. Selain itu, kemungkinan terjadinya dekomposisi produk minyak akan semakin meningkat.

Hal di atas berbeda pada waktu ekstraksi yang lebih singkat, dimana yield produk mengalami peningkatan pada daya minimal hingga daya menengah (199,5 watt – 279,5 watt). Sedangkan pada daya maksimal, yield akan mengalami penurunan. Penurunan tersebut dapat disebabkan energi panas yang dihasilkan sehingga mampu mengakibatkan ada dekomposisi produk minyak.



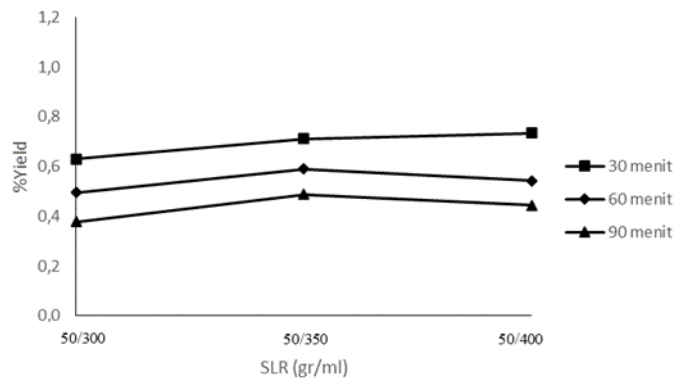
(a)



(b)

Gambar 3.2 Pengaruh daya gelombang mikro terhadap yield pada waktu ekstraksi :
(a) 90 menit (b) 30 menit

3.3. Pengaruh Rasio Bahan Baku / Pelarut terhadap Yield



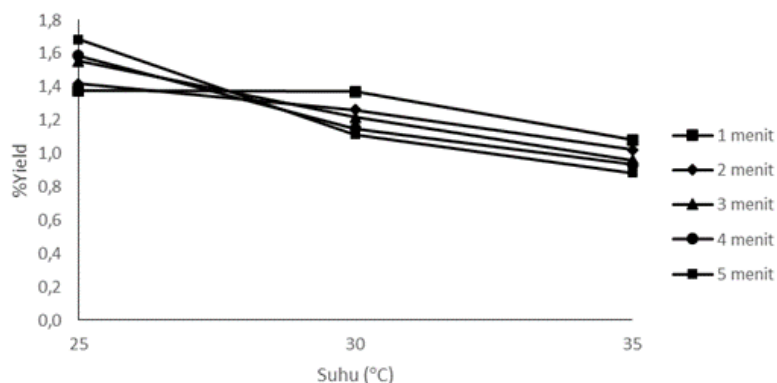
Gambar 3.3 Pengaruh rasio bahan baku / pelarut terhadap yield pada 279,5 watt

3.4. Pengaruh Suhu dan Waktu Sonikasi terhadap Yield

Pada proses ekstraksi MAE diperoleh kondisi optimum (yield maksimal) yakni pada waktu ekstraksi selama 60 menit, jumlah pelarut sebanyak 350 ml pada 50 gr daun basah dan daya gelombang mikro sebesar 199,5 watt. Kemudian kondisi optimum MAE diaplikasikan

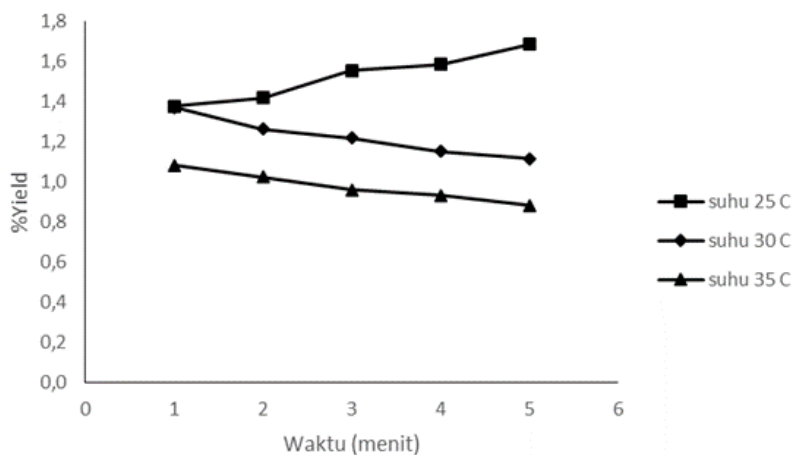
pada metode *Ultrasonic following Microwave Assisted Extraction* (US-MAE). Parameter operasi yang digunakan adalah suhu dan waktu sonikasi.

Suhu sonikasi memberikan dampak yang sangat signifikan. Hal ini dibuktikan gambar 3.4, dimana dengan semakin meningkatnya suhu sonikasi, yield produk akan mengalami penurunan. Hal tersebut dapat disebabkan kenaikan suhu pada proses sonikasi akan mengakibatkan peningkatan tekanan uap molekul pelarut dalam kavitas *micro-bubble*, sehingga terjadi penurunan intensitas kavitas maka kontak antara *micro-bubble* dan matriks akan berkurang [13].



Gambar 3.4 Pengaruh suhu sonikasi terhadap yield produk

Sedangkan waktu sonikasi pada proses ekstraksi minyak jeruk purut menghasilkan dampak yang cukup besar. Pada gambar 3.5, yield akan mengalami perubahan mengikuti perbedaan suhu sonikasi. Pada suhu yang lebih rendah (25°C), semakin lama waktu sonikasi akan mengakibatkan yield akan mengalami peningkatan. Sebaliknya pada suhu yang lebih tinggi, yield akan mengalami penurunan.



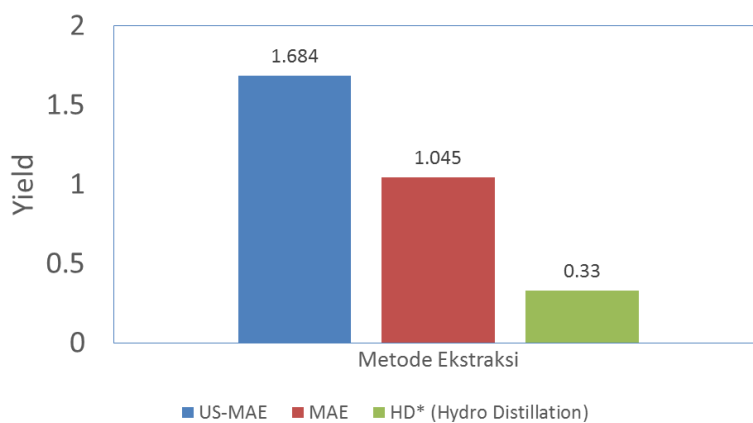
Gambar 3.5 Pengaruh waktu sonikasi terhadap yield produk

Pada saat proses sonikasi dilakukan gelombang ultrasonik akan merambat melalui pelarut dan membentuk gelembung yang dapat membantu proses pemecahan *solid materials* sehingga minyak dapat terdifusi keluar matriks. Gelembung yang dihasilkan terbentuk dari kerapatan gelombang ultrasonik mengakibatkan tekanan pada pelarut berubah, sehingga membentuk *micro-bubbles* dengan luas permukaan yang besar. Dengan luas permukaan *bubbles* yang besar maka akan meningkatkan kontak dengan media sehingga menciptakan *shock wave* (gelombang kejut) yang dapat memecah dinding sel media. Gelombang kejut ini menghasilkan

suhu dan tekanan tinggi sehingga akan meningkatkan transfer panas dan massa [10]. Jika saat proses sonikasi dilakukan dengan rentang waktu yang lama maka *bubble* yang dihasilkan akan melakukan kontak dengan matriks dengan intensitas yang tinggi sehingga ekstrak minyak yang diperoleh besar sehingga pengaruh waktu sonikasi terhadap yield produk pada gambar 3.5 menunjukkan bahwa yield maksimum diperoleh pada waktu 5 menit dengan suhu sonikasi 25°C. Pada suhu 30°C dan 35°C dengan kondisi waktu sonikasi yang sama menghasilkan yield yang cenderung mengalami penurunan, karena pada proses sonikasi ketika suhu diperbesar, akan terjadi penurunan intensitas kavitas sehingga menyebabkan kontak antara *micro-bubble* dengan matriks akan berkurang. Akan tetapi, jika suhu sonikasi diperkecil dan waktu sonikasi diperpanjang maka kontak antara *micro-bubble* dengan matriks akan optimal.

3.5. Perbandingan Metode Ekstraksi

Perbandingan metode ekstraksi berdasarkan yield produk yang dihasilkan ditunjukkan gambar 3.6. Metode ekstraksi berbasis gelombang mikro (*microwave*) menghasilkan yield yang besar daripada metode yang tidak berbasis gelombang mikro (*microwave*).



*) [1]

Gambar 3.6 Perbandingan yield minyak atsiri daun jeruk dari berbagai metode ekstraksi

Metode ekstraksi yang berbasis gelombang mikro memiliki transfer massa dan panas yang lebih baik karena panas yang dihasilkan berasal dari sistem labu ekstraktor sehingga distribusi panas akan merata dan energi yang dibutuhkan untuk menghasilkan panas cenderung lebih kecil. Hal tersebut yang menyebabkan waktu ekstraksi akan lebih cepat, dan juga konsumsi energi lebih kecil dibandingkan dengan metode yang tidak berbasis gelombang mikro seperti ditampilkan gambar 3.6.

Aplikasi tahap sonikasi pada proses ekstraksi berbasis gelombang mikro juga mampu memberikan pengaruh yang signifikan terhadap yield. Pada proses ekstraksi minyak daun jeruk purut dengan menggunakan metode ekstraksi MAE menghasilkan yield sebesar 1,045% sedangkan dengan menggunakan metode US-MAE menghasilkan yield sebesar 1,684%. Dari data tersebut sonikasi sebagai tahap pretreatment bahan baku mampu meningkatkan yield sebesar 61 %.

Tabel 3.1 Perbandingan Kualitas Minyak Atsiri pada Berbagai Metode Ekstraksi

	<i>US-MAE</i>	<i>MAE</i>	<i>Hydro Distillation*</i>
Densitas (ρ)	0,813-0,898	0,795-0,834	0,837-0,845
Indeks bias (n)	1,446-1,450	1,448-1,450	1,450-1,453

*) [2]

Pada tabel 3.1, tidak terdapat perbedaan kualitas minyak yang signifikan jika ditinjau dari densitas dan indeks biasnya. Hal ini dapat membuktikan bahwa minyak atsiri yang didapat memiliki kualitas yang tidak berbeda jauh dengan minyak atsiri dari penelitian yang telah dilakukan sebelumnya dengan metode konvensional [6].

4. KESIMPULAN (CONCLUSION)

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa :

1. Ekstraksi minyak atsiri dari daun jeruk purut dapat dilakukan dengan metode *Ultrasonic Following Microwave Assisted Extraction* (US-MAE) dengan yield yang diperoleh berkisar 0,882% - 1,684%.
2. Waktu ekstraksi, daya microwave, waktu sonikasi dan suhu sonikasi memiliki pengaruh yang cukup signifikan terhadap yield yang diperoleh.
3. Untuk memperoleh % yield maksimum, rasio massa dengan pelarut yang digunakan yaitu 50/350 (gr/ml), pada daya microwave 199,5 watt selama 60 menit dengan waktu sonikasi 5 menit dengan suhu 25°C.
4. Kualitas minyak atsiri daun jeruk purut yang diperoleh dengan metode US-MAE tidak berbeda jauh dengan kualitas minyak atsiri yang diperoleh oleh peneliti sebelumnya. Kesimpulan harus mengindikasikan secara jelas hasil-hasil yang diperoleh, kelebihan dan kekurangannya, serta kemungkinan pengembangan selanjutnya.

DAFTAR PUSTAKA (REFERENCE)

- [1] Bagherian, H., Ashtiani, F.Z., Fouladitajar, A., Mohtashamy, M. (2011), “Comparisons between conventional, microwave- and Ultrasonic-assisted Methods for extraction of pectin from grapefruit”, *Chemical engineering and Processing*, 50, 1237-1243.
- [2] Chemat, F., Huma, Z., Khan, M.K. (2013), “Application of Ultrasonic in food technology : Processing, preservation, and extraction”, *Ultrasonics Sonochemistry*, 18, 813-835.
- [3] Dettre, S., Rega, B., Delarue, J., Decloux, M., Lebrun, M., Giampaoli, P. (2011), “Identification of key aroma compounds from bitter orange (*Citrus aurantium* L.) products: essential oil and macerate–distillate extract”, *Flavour and Fragrance Journal*.
- [4] Issartier, S.P., Ginies, C., Cravotto, G., Chemat, F. (2010), “A comparison of essential oils obtained from lavender via different extraction processes: Ultrasound, microwave, turbohydrodistillation, steam and hydrodistillation”, *Journal of Chromatography*, 1305, 41-47
- [5] Jiao, J., Fu, Y.J., Zu, Y.G., Luo, M., Wei, W., Zhang, L., Li, J., (2010), “Enzyme assisted microwave hydro-distillation essential oil from *Fructus forsythia*, chemical constituents, and its antimicrobial and antioxidant activities”, *Journal of Food Chemistry*, 134, 235-243.

- [6] Koswara, S. dan Khasanah 2015, “Menyuling dan Menepungkan Minyak Asiri Daun Jeruk Purut”, Bogor : Institut pertanian Bogor.
- [7] Lianfu, Z., Zelong, L. (2008), “Optimization and comparison of ultrasound/microwave assisted extraction (UMAE) and ultrasonic assisted extraction”. *Journal of Ultrasonics Sonochemistry* 15 (2008) 731–737. (UAE) of lycopene from tomatoes
- [8] Mandal, V., Mohan, Y., dan Hemalatha, S. (2007) , “*Microwave Assisted Extraction-An Innovative an Promising Extraction Tool for Medicinal Plant Research*”, *Journal of Pharmacognosy Reviews of India*, Vol 1.
- [9] Munawaroh, S. dan Handayani, P.A. (2010), “Ekstraksi Minyak Daun Jeruk Purut (*Citrus hystrix* D.C.) Dengan Pelarut Etanol dan N-Heksana”, *Jurnal kompetensi teknik*, Vol 2.
- [10] Pico, Yolanda. (2013), “Ultrasound-assisted extraction for food and environmental samples”. *Journal Trends in Analytical Chemistry*, vol 43
- [11] Sereshti, H., Rohanifar, A., Bakhtiari, S., dan Samadi, S. (2012), “Bifunctional ultrasound assisted extraction and determination of *Elettaria cardamomum* Maton essential oil”. *Journal of Chromatography* , Vol.1238, hal.46-53
- [12] Shi, J., Yeoh, S., dan TAG, Langrish. (2007), “Comparition between Different Techniques for Water-Based Extraction of Pectin from Oranges Peel , Vol.218, hal.229-237
- [13] Xu, yuan dan Pan, Siyi. (2012), “Effects of various factors of ultrasonic treatment on the extraction *yield* of all-trans-lycopene from red grapefruit (*Citrus paradise* Macf.)”. *Journal of Ultrasonics Sonochemistry* , Vol.20, hal.1026-1032